



SNI 01-4468-1998

Standar Nasional Indonesia

Minyak wijen sebagai minyak makan

Daftar isi

Halaman

Pendahuluan	i
Daftar isi	ii
1. Ruang lingkup	1
2. Acuan	1
3. Definisi	1
4. Syarat mutu	2
5. Cara pengambilan contoh	3
6. Cara uji	3
7. Pengemasan	14
8. Syarat penandaan	14

Pendahuluan

Rancangan Standar Nasional Indonesia (RSNI) Minyak wijen sebagai minyak makan merupakan SNI yang disusun untuk melindungi konsumen dari kesehatan dan keselamatan juga untuk :

- a. Melindungi produsen
- b. Mendukung perkembangan industri hasil pertanian.
- c. Menunjang ekspor non migas.
- d. Menunjang instruksi Menteri Perindustrian No. 04/M/-INS/10/1989.

Standar ini disusun berdasarkan hasil pembahasan dalam rapat-rapat teknis, pra konsensus dan terakhir dirumuskan dalam rapat Konsensus pada tanggal 11 Desember 1996, yang dihadiri oleh wakil-wakil produsen, gabungan produsen makanan dan minuman Indonesia, konsumen, lembaga ilmu pengetahuan dan teknologi serta instansi pemerintah yang terkait.

Minyak wijen sebagai minyak makan

1. Ruang lingkup

Standar ini meliputi acuan, definisi, syarat mutu, pengambilan contoh, cara uji, pengemasan dan syarat penandaan untuk minyak wijen sebagai minyak makan.

2. Acuan

- Codex Alimentarius Commission, 1993, Codex Stan 26-1981. Codex Standard For Edible Sesameseed Oil in Oils, and Related Products Codex Alimentarius Vol.8. Food and Agriculture Organization of United Nations. WHO.
- Daniels Swern, 1979, *Bailey's Industrial Oil and Fat Products Vol.1* 4th ed. John Wiley & Sons.
- Departemen Kesehatan RI 1993/1994, Kumpulan Peraturan Perundangan-Undangan di Bidang Makanan Jilid I, Edisi III, Jakarta.
- Hammarstrand, K. 1966, *Gas Chromatographic Analysis of Fatty Acids*, Varian Aerograph, United States of Amerika.
- National Food Authority, 1992. Standard G1. Edible Fats and Oils, *Australian Food Standards Code*, Australian Government Publishing Service, Canberra.
- SNI 19-0429-1989; Petunjuk pengambilan contoh cairan dan semi padatan.
- SNI 01-3555-1994^{**}, Cara uji minyak dan lemak.
- SNI 01-0222-1995, Bahan tambahan makanan.
- SNI 19-2896-1992, Cara uji cemaran logam.
- The American Oil Chemist Society, 1994. *Official Methods and Recommended Practise of the AOCS*, Vol.1 4th ed. AOCS Press. Washington, DC

3. Definisi

Minyak wijen sebagai minyak makan adalah minyak yang diperoleh dengan cara mengekstrak biji tanaman wijen (*Sesamum indicum* L.) dan telah mengalami proses pemurnian dengan atau tanpa penambahan bahan tambahan makanan yang diizinkan.

4. Syarat mutu

Tabel
Spesifikasi persyaratan mutu

No.	Jenis uji	Satuan	Persyaratan
			Non Virgin Oil
1.	Keadaan :		
1.1	Warna	-	Normal
1.2	Bau dan rasa	-	Normal
1.	Air dan kotoran, b/b		Maks. 0,1
3.	Asam lemak bebas		
	(asam oleat), b/b	%	Maks. 1
4.	Bilangan peroksida	meq/kg	Maks. 10
5.	Bilangan Iod (Wijs)	g Iod/ 100 g	104 120
6.	Komposisi asam lemak:		
	CL		
6.1	C12 : 0 , b/b	%	< 0,4
6.2	C<14. b/b	%	< 0,1
6.3	C14 : 0 , b/b	%	< 0,5
6.4	C16 : 0 , b/b	%	7,0 - 12
6.5	C16 : 1 , b/b	%	< 0,5
6.6	C18 : 0 , b/b	%	3,5 - 6,0
6.7	C18 : 1 , b/b	%	35 - 50
6.8	C18 : 2 , b/b	%	35 - 50
6.9	C18 : 3 , b/b	%	< 1,0
6.10	C20 : 0 , b/b	%	< 1,0
6.11	C20 : 1 , b/b	%	< 0,5
6.12	C22 : 0 , b/b	%	< 0,5
7.	Bahan tambahan		
	makanan		
7.1	Antioksidan	-	Sesuai SNI
			01-0222-1995
8.	Cemaran logam		
8.1	Timbal (Pb)	mg/kg	Maks. 0,1
8.2	Besi (Fe)	mg/kg	Maks. 1,5
8.3	Tembaga (Cu)	mg/kg	Maks. 0,1
8.4	Seng (Zn)	mg/kg	Maks. 40,0
8.5	Timah (Sn)	mg/kg	Maks. 40,0/ 250,0*
9.	Cemaran Arsen (As)	mg/kg	Maks. 0,1

* Dikemas dalam kaleng

5. Cara pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 19-0429-1989, Petunjuk pengambilan contoh cairan dan semi padat.

6. Cara uji

6.1 Keadaan

Cara uji keadaan sesuai dengan SNI 01-2891-1992, Cara uji makanan dan minuman, butir 1.2, diuji secara organoleptik.

6.2 Penyiapan contoh uji kimia

Cara uji penyiapan contoh uji kimia sesuai dengan SNI 01-3555-1994,** Cara uji minyak dan lemak, butir 2.1

6.3 Air

Cara uji air sesuai dengan SNI 01-3555-1994,* Cara uji minyak dan lemak, butir 4.

6.4 Kotoran

6.4.1 Prinsip

Penyaringan kotoran yang terdapat didalam minyak, dan penimbangan.

6.4.2 Peralatan

6.4.2.1 Neraca analisis, kapasitas 200 g, ketelitian 0,1 mg.

6.4.2.2 Cawan gooch (Kaca masir) No. G.2.

6.4.2.3 Oven

6.4.2.4 Pompa vakum

6.4.2.5 Gelas piala, kapasitas 250 ml.

6.4.3 Pereaksi

Petroleum benzin yang memiliki titik didih 40°C - 60°C.

6.4.4 Cara kerja

6.4.4.1 Timbang contoh lebih kurang 20 g, kedalam gelas piala.

6.4.4.2 Tambahkan 75 ml larutan petroleum benzin kedalam contoh, dan panaskan diatas penangas air hingga lemaknya larut.

6.4.4.3 Saring larutan dengan menggunakan cawan gooch yang sudah diketahui bobotnya sambil dibantu alat pompa vakum.

6.4.4.4 Cuci cawan gooch beberapa kali dengan 10 ml larutan petroleum benzin.

6.4.4.5 Keringkan cawan gooch beserta isinya didalam oven pada suhu 101°C ± 1°C selama 45 menit.

6.4.4.6 Dinginkan cawan gooch didalam desikator selama 20 menit, lalu ditimbang.

6.4.4.7 Ulangi pengeringan, pendinginan dan penimbangan hingga selisih bobot antara beberapa penimbangan tidak melebihi dari 0,005 g.

6.4.4.8 Penentuan dilakukan dua kali pada contoh uji yang sama.

6.4.5 Perhitungan

Kadar kotoran dinyatakan sebagai persentase bobot per bobot :

$$= \frac{M2 - M1}{M} \times 100\%$$

Keterangan

M adalah bobot contoh uji (g)

M1 adalah bobot cawan gooch (g)

M2 adalah bobot cawan gooch beserta isinya (g)

6.5 Asam lemak bebas

Cara uji asam lemak bebas sesuai dengan SNI 01-3555-1994, Cara uji minyak dan lemak, butir 8.

6.6 Bilangan peroksida

Cara uji peroksida sesuai dengan SNI 01-3555-1994, Cara uji minyak dan lemak, butir 5.

6.7 Bilangan Iod

Cara uji bilangan Iod sesuai dengan SNI 01-3555-1994, Cara uji minyak dan lemak, butir 6.

6.8 Komposisi asam lemak

6.8.1 Prinsip

Asam-asam lemak yang sudah terbebas dari trigliseridanya dapat dipisahkan dengan penggaraman sehingga lebih mudah larut dalam air.

Garam dari asam lemak yang terpisah kemudian dilepaskan kembali menjadi asam dengan pengasaman. Asam-asam lemak yang terlepas kemudian dimurnikan dan dipisahkan melalui kromatografi gas.

6.8.2 Pereaksi

6.8.2.1 Larutan kalium hidroksida, KOH 10 N :

Timbang sebanyak 5,61 g kalium hidroksida, larutkan dalam 5 ml air suling aduk sampai larut sambil didinginkan, setelah dingin tambahkan air suling dan impitkan sampai tanda garis pada labu ukur 10 ml.

6.8.2.2 Campuran larutan metil-diethyl-eter

6.8.2.3 Larutan asam klorida 1,5 N

Pipet 2,65 ml asam klorida pekat, larutkan sampai 20 ml dengan air suling.

6.8.2.4 Larutan BF₃-metanol kompleks.

6.8.2.5 Heptana, untuk khromatografi

6.8.2.6 Metanol yang mengandung kurang dari 0,5% (m/m) air.

6.8.2.7 Natrium sulfat anhidrat.

6.8.2.8 Larutan KOH dalam metanol 1 N. Larutkan 5,6 g KOH dalam 100 ml metanol.

6.8.3. Peralatan

6.8.3.1 Kromatografi yang dilengkapi dengan integrator

- Detektor : Flame Ionization, Detector (FID)
- Kolom : Gelas, ukuran 4,1 m x 3,2 mm (ID) atau yang setara.
- Isi kolom : 20% DEGS pada Chromosorb.WAW 60/80 mesh atau setara, temperatur maksimum. 225°C.
- Gas pembawa : Nitrogen
- Suhu awal kolom : 100°C
- Suhu akhir kolom : 180°C
- Suhu injektor : 210°C
- Suhu detector : 210°C
- Ukuran : 5 µl

6.8.3.2 Alat-alat gelas

Labu lemak, corong pemisah, labu ukur, erlenmeyer, refluks, pengaduk magnet, erlenmeyer bermulut sempit.

6.8.3.3 Penangas air

6.8.3.4 Vacuum rotary evaporator

6.8.3.5 Neraca analitik

6.8.3.6 Tabung dalam (inlet tube) untuk mengalirkan gas nitrogen untuk mengalirkan gas nitrogen.

6.8.4 Cara kerja

6.8.4.1 Penyabunan lipid dan pembebasan asam lemak.

6.8.4.1.1 Penyabunan

- a. Timbang kira-kira 1 g contoh, masukkan kedalam erlenmeyer.
- b. Tambahkan 50 ml campuran larutan etanol:diethyl eter (3:1 v/v) dan 0,5 ml KOH 10 M.
- c. Letakkan labu pada penangas air yang mendidih selama 2 jam dengan pendingin tegak (jika perlu tambahkan lagi etanol agar volumenya tetap).
- d. Dinginkan dan tambahkan \pm 30 ml air untuk menghasilkan larutan sabun yang mengandung 50% etanol-air.
- e. Tambahkan 75 ml petroleum-eter (30-60°C) dalam corong pemisah sambil dikocok dengan kuat dan biarkan semalaman atau sampai larutan tersebut jernih dan memisah. Bagian atas terdiri dari petroleum eter dan sterol-sterol (kholesterol) dan bagian bawah adalah air-alkohol dengan garam-garam kalium dari asam lemak.
- f. Pindahkan phase petroleum-eter yang mengandung sterol untuk ditetapkan dengan gas kromatografi atau secara colonimetri.
- g. Cuci bagian bawah dengan petroleum-eter sebanyak 3 kali kemudian pisahkan untuk analisa asam lemak.

6.8.4.1.2 Pembebasan asam lemak

- a. Bagian atas dituangkan ke dalam bejana lain, bagian bawah dituangkan ke dalam bejana lain, dan bagian tengah dituangkan ke dalam bejana lain. Biarkan sampai larutan terpisahkan menjadi dua bagian.
- b. Phase bagian atas adalah petroleum-eter yang mengandung asam lemak. Phase bagian bawah diencerkan dengan petroleum-eter sebanyak 3 kali, kemudian pisahkan.
- c. Kedalam petroleum yang mengandung asam lemak tambahkan \pm 30 ml air sebagai pencuci, lalu kocok, kemudian phase air yang terdapat dibagian bawah dibuang.
- d. Petroleum eter dikeringkan.

6.8.4.2 Metilasi

6.8.4.2.1 Metilasi dengan BF₃

- a. Tambahkan BF₃-metanol kedalam asam lemak (100/200 mg asam lemak dapat dimetilasi dengan 3 ml pereaksi)
- b. Didihkan pada penangas air yang berisi air mendidih selama 2 menit. Pindahkan campuran ini kedalam corong pemisah dan tambahkan \pm 30 ml petroleum eter dan 20 ml air, lalu kocok, lapisan bagian bawah dibuang.
- c. Uapkan petroleum eter pada suhu dibawah 40°C dan asam lemak yang terbentuk diencerkan sampai 1 ml dengan petroleum-eter. Lalu diinjeksikan kealat kromatografi gas.

6.8.4.2.2 Metilasi tanpa BF₃

- a. Timbang kira-kira 4 g lemak kedalam labu dasar bulat atau erlenmeyer. Jika minyak atau asam tersebut termasuk asam lemak yang mengandung lebih dari 2 ikatan, disarankan untuk mengeluarkan udara dari metanol dan labu tersebut dengan mengalirkan gas nitrogen kedalam metanol tersebut beberapa menit.
- b. Tambahkan 40 ml metanol, 0,5 ml larutan KOH dan batu didih.
- c. Kencangkan kondensor refleks, aduk dan dididihkan larutan harus menjadi jernih. Reaksi umumnya selesai setelah 5 - 10 menit.

- d. Dinginkan erlenmeyer dengan air yang mengalir dan pindahkan isinya kedalam corong pemisah.
- e. Bilas erlenmeyer dengan 20 ml heptana, kemudian pindahkan kedalam corong pemisah.
- f. Tambahkan air kira-kira 40 ml, kocok dan biarkan memisah. Senyawa ester akan berada pada lapisan paling atas heptana, pisahkan.
- g. Ekstrak lagi lapisan yang mengandung air dengan 20 ml heptana.
- h. Gabung kedua ekstrak dan cuci dengan 25 ml air. Pisahkan dan keringkan larutan ester dengan natrium sulfat anhidrat.
- i. Saring melalui benang wool kedalam erlenmeyer bermulut sempit dan uapkan larutan sehingga menjadi 20 ml diatas penangas air sambil dialiri gas nitrogen. Lalu diinjeksikan ke alat khromatografi gas.

6.8.4.3 Perhitungan konsentrasi asam lemak.

Hitung konsentrasi tiap komponen sebagai presentasi berat dari metil ester dengan menentukan presentasi yang diwakili oleh tiap area dibawah masing-masing puncak (peak) dengan rumus berikut :

$$\% \text{ asam lemak} = \frac{\sum \Lambda_i}{\sum \Lambda} \times 100$$

Keterangan :

Λ_i adalah area dibawah puncak komponen I
 $\sum \Lambda$ adalah jumlah area dibawah semua puncak

Hasil ditulis dengan satu desimal.

6.9 Antioksidan

6.9.1 Prinsip

Penentuan kandungan antioksidan-antioksidan dengan cara pemisahan masing-masing komponen dengan menggunakan kromatografi cair kinerja tinggi dan membandingkannya dengan standar.

6.9.2 Peralatan

6.9.2.1 Gradient liquid chromatograph, yang dilengkapi dengan recorder pencatat 10-mv, pipa loop injeksi untuk 20 ul contoh dan alat pengukur detector pada 230 nm.

6.9.2.2 Kolom HPLC, stainless steel, panjang 250 mm, 4,6 mm i.d, dikemas dalam lichrosorb 10 um RP-18 atau yang setara. Gunakan "guard column" jika diperlukan. 7 jenis antioksidan harus didapat pada pemisahan kromatogram.

6.9.2.3 Gelas piala pyrexTM 50 ml & 150 ml.

6.9.2.4 Corong pemisah (separator) 125 ml dan 250 ml.

6.9.2.5 Labu ukur, 50 ml dan 100 ml.

6.9.2.6 Labu dasar bulat (labu didih) 250 ml.

6.9.2.7 Gelas ukur bertutup, 10 ml.

6.9.3 Pereaksi

6.9.3.1 Pelarut, didestilasikan dalam gelas, Asetonitril HPLC grade, 2-propanol dan heksana.

6.9.3.2 HPLC mobile phase, pelarut HPLC grade atau yang setara :

- a. Aquabides, ditambah 5% asam asetat.
- b. Asetonitril, ditambah 5% asam asetat.

6.9.3.3 Standar Antioksidan BHA (campuran isomer), BHT, TBHQ, Ionox-100, THPP dan PC, III (Food chemicals codex reference standard) atau yang setara.

6.9.3.4 Larutan standar Dinginkan semua larutan antioksidan di refrigetaror dan terhindar cahaya. Siapkan semua larutan dengan 2-propanol+acetonitril (1:1).

- a. Larutan stock (1 mg/ml). Dengan teliti timbang dan pisahkan masing-masing 50 mg antioksidan kedalam labu ukur 50 ml, larutkan, encerkan sampai tanda garis dan kocok.
- b. Larutan standar (0,01 mg/ml=10 ug/ml). Pipet 1 ml larutan stock/cadangan kedalam labu ukur 100 ml, encerkan sampai tanda garis dan kocok.

6.9.3.5 Pelarut untuk ekstraksi. Jenuhkan heksana dan acetonitril dengan mengocok selama 2 menit dan pisahkan. Gunakan pelarut jenuh ini untuk ekstraksi berikut, kecuali ada tujuan khusus.

6.9.4 Cara kerja

6.9.4.1 Ekstrak minyak

- a. Timbang dengan teliti 20 mg minyak kedalam gelas piala 50 ml dan secara kuantitatif pindahkan ke labu ukur 100 ml, bilas gelas piala dengan heksana. Encerkan sampai tanda garis dengan heksana dan campurkan.
- b. Pipet 25 ml "aliquot" kedalam corong pemisah 125 ml dan ekstrak dengan 3 porsi a 50 ml acetonitril. Jika terbentuk emulsi, hilangkan emulsi tersebut dengan membiarkan corong pemisah tersebut diatas air hangat selama 5-10 detik. Kumpulkan ekstrak dalam corong pemisah 250 ml dan biarkan ekstrak mengalir perlahan kedalam labu didih 250 ml untuk mempermudah pemisahan titik-titik minyak dari heksana.

Catatan :

Pada saat ini, ekstrak acetonitril 150 ml dapat disimpan semalaman dalam keadaan dingin refrigerator.

- c. Uapkan ekstrak asetonitril dari labu menggunakan labu penguap dengan pemanasan di suhu tidak lebih dari 40°C. Penguapan harus sudah selesai selama kurang dari 10 menit.
Catatan : Kehilangan TBHQ dapat terjadi pada penguapan terlalu lama. Gunakan sistem vakum yang efisien dan pendinginan dengan air untuk mengurangi waktu penguapan.
- d. Gunakan pipet sekali pakai, pindahkan campuran asetonitril dan minyak ke dalam gelas ukur 10 ml. Bilas wadah dengan sedikit asetonitril tidak jenuh dan pindahkan bekas bilasan ke dalam gelas ukur tersebut menggunakan pipet sampai terkumpul 5 ml. Bilas pipet dan teruskan membilas wadah (Flask) tersebut ke dalam gelas ukur sampai tepatnya terkumpul 10 ml. Campurkan semua isi gelas ukur tersebut.
Catatan : Hindari penundaan analisis setelah penyiapan contoh karena kehilangan TBHQ dapat terjadi.

6.9.4.2 Ekstraksi lemak atau shortening

- a. Timbang dengan teliti 10 g lemak atau shortening ke dalam labu ukur 150 ml. Larutkan contoh dengan menambahkan kira-kira 30 ml heksana, panaskan perlahan jika perlu. Encerkan sampai tanda garis dan kocok. Pipet 25 ml "aliquot" ke dalam corong pemisah 125 ml.
- b. Lanjutkan ekstraksi seperti cara kerja 1 (b).

6.9.4.3 Khromatografi

- a. Siapkan alat khromatograf cair kinerja tinggi pada :
- Kondisi operasional khusus, sensitivitas detektor; 0,05 AUFS; waktu konstan, 0; suhu 1 kamar; kecepatan alir: 2 ml/menit.
 - Gunakan linier gradient dari 20% (b) dalam (a) sampai 100% (b) selama 10 menit, kemudian selama 1 menit dipertahankan pada 100% (b) pada kecepatan 2 ml/menit.

- Khusus untuk contoh, naikkan kecepatan sampai 6 ml/menit pada 100% larutan (b) selama 1 menit, atau sampai lipid nonpolar terelutasi).
 - Untuk contoh dan standar, kembalikan pada kondisi 30% (b) selama 1 menit pada 2 ml/menit, dan biarkan baseline, tekanan dan komposisi phase-mobile stabil, memerlukan sekitar 10 menit.
 - Jalankan blank gradient (tanpa injeksi).
 - Harus tidak ada peak yang rancu (interfering), jika peak yang kecil tidak dapat dihilangkan, semua tinggi peak lain harus dikoreksi.
- b. Injek 20 mikroliter larutan contoh yang sudah disiapkan.
 - c. Injek 20 mikroliter larutan standar.
 - d. Identifikasi peak dengan membandingkannya dengan waktu retensi standar.
- Catatan : Oktil gallat, jika ada dapat "coelute" dengan Ionox-100, tetapi dapat dipisahkan dengan "H₂O-metanol gradient" sebagai berikut : 30% (c) (metanol dengan 5% asam asetat) dalam (a) (H₂O dengan 5% asam asetat) sampai 100% (c) selama 10 menit. Jika kedua Ionox-100 dan oktil gallat ada, dapat dilakukan perhitungan yang tepat.
- e. Lakukan determinasi larutan dengan larutan blanko, ganti heksana-minyak dengan 25 ml heksana. Teruskan ekstraksi seperti pada cara kerja 1 (b). Injeksikan 20 mikroliter larutan blanko, dan program pelarut seperti dijelaskan. Peak yang rancu (interfering) dengan determinasi antioksidan dan lain tidak boleh ada. Gunakan kromatogram blanko sebagai acuan, tentukan tinggi rata-rata tinggi peak luas area (luas area) dari contoh antioksidan dari dua kali (duplo) injeksi dan rata-rata tinggi peak luas area dari antioksidan standar dari dua kali (duplo) injeksi sebelum dan sesudah contoh.

6.9.5 Perhitungan

Hitung konsentrasi antioksidan sebagai berikut

$$\text{Antioksidan, mg/kg (ppm)} = \frac{R \times C_s}{R' \times W_s} \times D$$

Keterangan

R dan R'	adalah tinggi peak luas area contoh dan standar
Cs	adalah konsentrasi standar dalam ug/ml.
Wx	adalah berat contoh dalam g/ml dalam 10 ml ekstrak akhir.
D	adalah faktor pengenceran, jika larutan yang diinjeksi diencerkan.

Catatan : Untuk antioksidan lain ditetapkan dengan metode lain yang sudah standar.

6.9 Cemarkan logam

Cara uji cemarkan logam sesuai dengan SNI 19-2896-1992, Cara uji cemarkan logam.

6.10 Cemarkan arsen

Cara uji cemarkan arsen sesuai dengan SNI 19-2896-1992, Cara uji cemarkan logam, butir 6.

7. Pengemasan

Produk dikemas dalam wadah yang tertutup rapat, tidak dipengaruhi atau mempengaruhi isi, akan selama penyimpanan dan pengangkutan.

8. Syarat penandaan

Syarat penandaan sesuai dengan Undang-Undang RI NO. 23 Tahun 1992, tentang Kesehatan serta peraturan, tentang label dan periklanan yang berlaku.

